

DIALOG(R) File 350: Derwent World Pat.  
(c) 1996 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001616274 WPI Acc No: 76-50694X/27

XRAM Acc No: C76-X50694

Light transmitting glass fibre prodn - giving fibre which shows little transmission loss

Index Terms: FIBRE GLASS LIGHT LOSS PRODUCE SHOW TRANSMISSION TRANSMIT

Patent Assignee: (SUNE) SUMITOMO ELEC IND KK

Number of Patents: 001

Patent Family:

CC Number	Kind	Date	Week	
JP 51056641	A	760518	7627	(Basic)

Reference 3

Priority Data (CC No Date): JP 74131366 (741113)

Abstract (Basic): A supporting bar made of exthermic substance which can be brought to a high temp. by electric or high frequency heating is covered with a molten silica pipe and maintained at around 1500 degrees C. The pipe is rotated and raw material which reacts at a high temp. to form molten silica doped with oxide - e.g. mixed gas of SiCl4 and GeCl4 or BCl3 and O2 - is fed onto the pipe through a nozzle. The supporting bar and pipe are then hollowed out to obtain synthetic silica pipe consisting of synthetic silica layer. The synthetic silica pipe is heated at a higher temp. to form a rod. The rod is placing in the molten silica pipe and drawn at a high temp. to produce fibre which consists of GeO2-SiO2 in the centre, B2O3-SiO2 in the intermediate part and SiO2 in the outer part. The fibre thus obtd. shows a small transmission loss and has an arbitrary distribution of refractive index (radius direction).

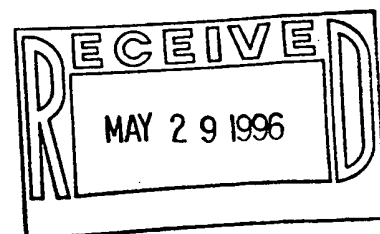
File Segment: CPI; EPI

Derwent Class: F01; L01; W02; P81; R21; R47;

Int Pat Class: C03B-037/00; G02B-005/14; H01P-003/00

Manual Codes (CPI/A-N): F01-C07; F01-D09B; F01-E01; F04-G; L01-F03; L01-L05

uses halide



[Ref. 3]

[11]

A process for producing a fiber for optical transmission, comprising the steps of:

i) covering a heating element support rod, which is capable of heating by the application of an electric current or a radio-frequency wave, with a fused silica pipe,

ii) heating the fused silica pipe while the fused silica pipe is being relatively rotated, the temperature of the surface of the fused silica pipe being thereby raised to a predetermined temperature,

iii) feeding a mixed gas of an oxygen gas, a gas of a compound of a metal or a nonmetal, which undergoes a reaction with the oxygen gas and forms an oxide, and a gas of a silicon compound to the region on the fused silica pipe, the mixed gas being thereby caused to undergo a reaction, whereby a fused silica or a fused silica, which has been doped with the oxide of the metal or the oxide of the nonmetal, is deposited on the fused silica pipe,

iv) removing the heating element, the fused silica pipe, and a portion of the deposited synthetic silica layer from the obtained rod comprising the deposited synthetic silica, a synthetic silica pipe being thereby obtained, and

v) preparing a fiber with melt spinning from the synthetic silica pipe or from a rod, which is obtained by collapsing the synthetic silica pipe.

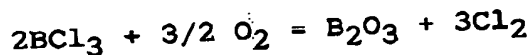
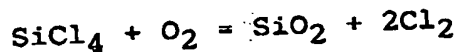
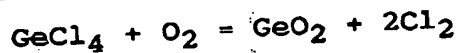
[12]

This invention relates to a process for producing a long, stable fiber for optical transmission, which exhibits little transmission loss and has an arbitrary refractive index distribution (along the radial direction).

[13]

As illustrated in Figures 1 and 2, a heating element support rod 1, which is capable of heating by the application of an electric current or a radio-frequency wave, with a fused silica pipe 2, and the temperature of the fused silica pipe 2 is kept at a predetermined value. The fused silica pipe is rotated in the direction indicated by the arrow. Raw materials 5, which undergo a reaction at a high temperature and form a fused silica having been doped with an oxide, e.g. a mixed gas of  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$  or  $\text{BCl}_3$ , and  $\text{O}_2$ , are fed from a raw material supply nozzle 4 onto the fused silica pipe 2.

As a result, the reactions with the formulas shown below occur on the fused silica pipe 2, and a  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  glass 3 or a  $\text{B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  glass 3 is deposited.



The present invention is based upon such a principle.

For example, the heating element support rod 1 is covered with the fused silica pipe 2, and the fused silica

pipe 2 is rotated, while an electric current is being applied to the heating element support rod 1. The temperature of the surface of the pipe 2 or the synthetic silica 3 is controlled such that it may always be equal to a predetermined value.

Firstly, a mixed gas 5 of  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{SiCl}_4$ , and  $\text{O}_2$  is fed onto the pipe 2, and the  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  glass 3 is thereby deposited on the pipe 2. Further, a mixed gas of  $\text{BCl}_3$ ,  $\text{SiCl}_4$ , and  $\text{O}_2$  is fed onto the  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  glass 3, and the  $\text{B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  glass is thereby deposited thereon.

In this manner, the synthetic silica layer 3 is prepared. Thereafter, the middle support rod 1 and the pipe 2 are removed, and a synthetic silica pipe constituted of only the synthetic silica layer 3 is thereby obtained.

Thereafter, the temperature of the synthetic silica layer 3 is raised, the pipe hole is collapsed, and a rod is thereby obtained. The rod is placed in a fused silica pipe, heated to a high temperature, and elongated. In this manner, a fiber is obtained, which comprises the  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  middle portion, the  $\text{B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  intermediate portion, and the  $\text{SiO}_2$  outer portion and which has a predetermined refractive index distribution.

[14]

A carbon rod having an outer diameter of 7mm was covered with a fused silica pipe, which had an inner diameter of 7.2mm and an outer diameter of 9mm. The fused silica pipe was rotated, an electric current was applied to

the carbon rod, and the temperature of the outer side of the pipe was kept at  $1,500^{\circ}\text{C}$ . Into bubblers containing  $\text{SiCl}_4$  and  $\text{GeCl}_4$  at  $30^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{O}_2$  was bubbled respectively at 500cc/min, 500cc/min  $\rightarrow$  0cc/min. A mixed gas of  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ , and  $\text{O}_2$  was thereby prepared and fed from a nozzle onto the fused silica pipe.

Thereafter, into bubblers containing  $\text{SiCl}_4$  and  $\text{BBr}_3$  at  $30^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{O}_2$  was fed respectively at 500cc/min, 0  $\rightarrow$  500cc/min and bubbled. A mixed gas of  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{BBr}_3$ , and  $\text{O}_2$  was thereby prepared and fed from a nozzle onto the fused silica pipe.

In this manner, a  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  layer and a  $\text{B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  layer were successively overlaid on the silica pipe such that the outer diameter might become equal to 20mm. Thereafter, the carbon rod and the silica pipe were removed, a portion of the  $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$  layer was scraped off such that the inner diameter might become equal to 10mm. A pipe was thereby obtained. The pipe was then heated to a high temperature, the hole was collapsed, and a rod was thereby prepared. The 17mm-diameter rod was then inserted into a fused silica pipe, which had an inner diameter of 18mm and an outer diameter of 22mm. The rod was thus subjected to the melt spinning, and a fiber was thus obtained.

① 日本国特許庁  
公開特許公報



特許庁長官 審判官 審議官 審判官 審判官  
昭和49年1月13日

1. 発明の名称 光伝送用ファイバーの製造方法
2. 発明者  
住所 横浜市戸塚区田谷町1番地  
佐々木電気工業株式会社横浜製作所内  
氏名 佐々木 正夫 (ほか2名)
3. 特許出願人  
住所 大阪市東区北浜5丁目15番地  
名称 (213) 佐々木電気工業株式会社  
社長 亀井 正夫
4. 代理人  
住所 東京都杉並区清水3丁目21-15  
氏名 (6554) 弁理士 佐々木 正夫
5. 添付書類の目録  
(1) 明 願 書 1通  
(2) 図 面 1通  
(3) 請求書 1通  
(4) 委任状 1通

49 131366

明 願 書

1. 発明の名称 光伝送用ファイバーの製造方法

2. 特許請求の範囲

通電又は高周波による加熱が出来る発熱体支持棒の上に溶融シリカパイプをかぶせ、該パイプを相対的に回転しながら加熱し表面を所定の温度にし、その上に酸素ガスと反応して酸化物となる金属又は非金属及びシリコンの化合物のガスと酸素ガスの混合ガスを送り込み、そこで反応せしめて溶融シリカ又は金属又は非金属の酸化物をドープした溶融シリカを作り使用せしめ、この合成シリカを積層せしめたロッドより発熱体及び溶融シリカパイプ及び合成シリカ層の一部を除去し、合成シリカパイプを作り、該合成シリカパイプをつぶしてロッドにするか又はそのまゝを溶融熱処理してファイバーを作ることとを特徴とする光伝送用ファイバーの製造方法。

3. 発明の詳述な説明

本発明は低い伝送損失を有し、任意の屈折率分布(半導方向)を有し長い安定した光伝送用

①特開昭 51-56641

④公開日 昭51.(1976)5.18

②特願昭 49-131366

②出願日 昭49.(1974)11.13

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号 6442 f

742P 23  
7417 41  
7444 47

⑤日本分類

104 A0  
21 A41  
42 E1  
60 C4

⑤Int.Cl?

G02B 5/14  
C03B 37/00  
H01P 3/00

ファイバーの製造方法に関するものである。

従来此種ファイバーの製造方法としては、第5図に示す如く酸素水素バーナーBで作った酸素水素炎中に原料ガスを送り込みその中で火炎加水分解させた合成シリカ層Bを回転している支持棒E上にガラス状のまゝ又は粉末状のまゝで吹きつけ積層させてゆく。粉末状のまゝで付いたものは更に焼結させてガラス化を行う。

次にこれから支持棒Eを取り除き積層された合成シリカ層Bのみのパイプを作る。この合成シリカ層のパイプを孔をつぶしてロッドとするか又はパイプのまゝで加熱溶融熱処理してファイバーを作るものである。

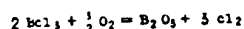
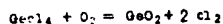
このような火炎加水分解で作った合成シリカはOH基を多量含むのでそれによる吸収損失が大きい。また電気エネルギーで水を分解しているので $H_2$ 、 $O_2$ の平衡が高く、酸素水素炎は高温であり、また炎を利用しているため反応及び積層時の温度制御が難しい等の欠点があった。

本発明は以上の点を改善する目的で発明され

たものであり、以下断面に示す実施例について説明する。

第1図、第2図に示す如く通電加熱又は炭素加熱によつて高温に出来る発熱体支持棒(1)の外周に溶融シリカパイプ(2)を被せ所定の温度に保持する。これを矢印の如く回転しその上に原料アプライ、ノズル(4)から高温で反応して酸化物をドープした溶融シリカになる原料(3)、例えば  $\text{SiCl}_4$  及び  $\text{GeCl}_4$  又は  $\text{Bcl}_3$ 、 $\text{O}_2$  の混合ガスを送り込む。

するとパイプ(2)の上で次のような反応が生じ  $\text{GeO}_2 - \text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  ガラス(3)が析出する。



本発明はこの原理を応用するものである。

例えば発熱体支持棒(1)に通電しながらその上に溶融シリカパイプ(2)を被せて回転して常にパイプ(2)又は合成シリカ(3)の表面が所定の温度になるように制御する。

又はB1及び金属又は非金属の化合物で高温で酸と反応して酸化物となるもの例えば水素化物、有機化合物、ハロゲン化物でも良い。

さらに長さ方向に於いて均一な組成になるようにするためにノズル(4)と支持棒(1)、パイプ(2)、合成シリカ層(3)は相対的に往復運動させてもよい。

反応及び装置中は不純物がそれらの中に飛び込まないように第2図に示す如く反応器(7)に収納し、臭ガスは孔(8)より排気する。

他に発熱体ロッドとその上の溶融シリカ・パイプを回転する替りに反応用混合ガスを回転しながら、パイプ上に送り込んでいてもよい。

次に本発明の実験例を示す。

外径7mmのカーボン棒上に内径7.2φ、外径9φの溶融シリカ・パイプをかぶせ、それを回転させさらにカーボンに通電しながらパイプの外周を1500°Cに保持した。その上に最初50°Cの  $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$  を入れたバブラーの中を  $\text{O}_2$  を大々500cc/min、500cc/min、100cc/minでバブリング

まず  $\text{GeCl}_4$  と  $\text{SiCl}_4$  と  $\text{O}_2$  の混合ガスをパイプ(2)上に送り込み、その上に  $\text{O}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  ガラス(3)を析出させる。さらにこの上に  $\text{Bcl}_3$  と  $\text{SiCl}_4$  と  $\text{O}_2$  の混合ガスを送り込み、その上に  $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  ガラスを析出させる。

このようにして合成シリカ層(3)を作り、次に中心部の支持棒(1)とパイプ(2)の部分をくり抜き合成シリカ層(3)の部分のみからなる合成シリカパイプを作る。

この後このパイプをさらに炭素にしてパイプ孔をつぶしてロッドを作る。このロッドを溶融シリカパイプの内に入れて高温に加熱して引き伸ばせば、中心部が  $\text{GeO}_2 - \text{SiO}_2$ 、中間部が  $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ 、外部が  $\text{SiO}_2$  からなる所定の屈折率分布を持つファイバーが得られる。

なお上記で  $\text{GeCl}_4/\text{SiCl}_4$  及び  $\text{Bcl}_3/\text{SiCl}_4$  の割合を制御することによつてドープ量を定めて任意の屈折率分布を有する構造にすることが出来る。

また原料はこれらに限定するものでなく、例

して  $\text{SiCl}_4$  と  $\text{O}_2$  と  $\text{O}_2$  の混合ガスを作り、それをノズルより送り込んだ。

次に50°Cの  $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{BBr}_3$  を入れたバブラーの中を  $\text{O}_2$  をそれぞれ500cc/min、0-500cc/minで送りバブリングして  $\text{SiCl}_4$  と  $\text{BBr}_3$  と  $\text{O}_2$  の混合ガスを作り、それをノズルより送り込んだ。

このようにしてシリカパイプの上に  $\text{GeO}_2 - \text{SiO}_2$  及び  $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  を順次析出させ20mm外径にした。次にこれから内径10mmになるようにカーボン及びシリカパイプを除去しさらに  $\text{GeO}_2 - \text{SiO}_2$  の1部を削り取りパイプを作った。このパイプをさらに高温に加熱して孔をつぶしロッドを作った。このロッド17φをさらに内径18φ、外径22φの溶融シリカパイプ内に挿入し溶融炭素してファイバーを作った。

本発明によれば上述の如くハロゲン化物を使用すれば無数のものが得られる。又原料はガスになるので自己酸化が行えるので低い伝送損失のファイバーを作ることが出来る。又発熱体から伝導される熱の範囲での反応に有効に利用さ

れるので無効率がよい。回転しているパイプ上に被覆せざるので被覆方向、内周方向に均一な組織のものが作れる。また時間とともにドローベント期を繰返すことによつて半径方向に任意の屈折率分布を作ることが出来るので偏角面と歪いものが得られる。原料を多量送り込むかつ熱を十分与えることが出来るので反応と被覆が十分行われ生産速度が速いので大量生産が可能である等の利点がある。

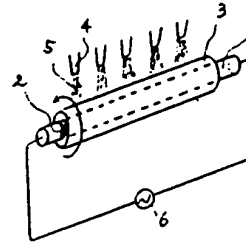
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法を実施する装置の斜視図、第2図は同断面図、第3図は従来の方法の斜視図である。

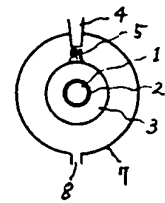
(1)…発熱体支持物、(2)…発熱シリカパイプ、(3)…被覆された合成シリカ層、(4)…原料サブライノズル、(5)…原料ガス、(6)…加熱源、(7)…反応室、(8)…排気孔。

代理人 佐 藤 雄

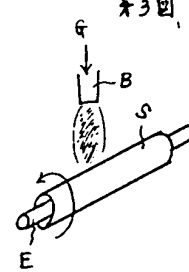
第1図



第2図



第3図



#### 6. 記以外の発明者

住友電気工業株式会社 大阪製作所内  
田 中 康 太 郎  
同 所 黒 崎 四 郎

#### 手 続 補 正 書

昭和50年2月21日

特許庁長官、青 藤 英 雄 殿

1. 事件の表示 特 許 昭 49-131366号
2. 発明の名称 光伝送用ファイバーの製造方法
3. 補正をする者

事件との関係 特 許 出 願 人

住 所 大阪市東区北浜5丁目15番地  
名 称 (213) 住友電気工業株式会社

#### 4. 代 理 人

住 所 東京都杉並区清水3丁目21-15

氏 名 (4554) 弁 理 士 佐 藤 雄

5. 補正命令の日付 自 発 補 正

6. 補正の対象 明 細 書

7. 補正の内容 別紙の通り



- (1) 本願の特許請求の範囲を別紙の如く訂正する。
- (2) 明細書第3頁の末行に次の文を加える。  
「ところで混合ガス(6)が発熱体支持体(1)と反応しない時には熔融シリカパイプ(5)は設けておなくても良い。」
- (3) 同第4頁第9行目と10行目の間に次の文を挿入する。

「なおここでパイプ(2)はくり抜かずに着けたまゝで(2)+(3)からなるパイプを作つても良い。

このようにして作つたパイプは孔内面を火花研磨(プラズマ炎、酸水素炎等)、レーザー、ポリッシング又はフッ酸水溶液による洗浄等により清浄にする。」

以 上

代理人 佐 藤 孝

## 2. 特許請求の範囲

通電又は高周波による加熱が出来る発熱体支持体の上に熔融シリカパイプをかぶせ、該パイプを相対的に回転しながら加熱し表面を所定の温度にし、その上に酸素ガスと反応して酸化物となる金属又は非金属及びシリコンの化合物のガスと酸素ガスの混合ガスを送り込み、そこで反応せしめて熔融シリカ又は金属又は非金属の酸化物をドーブした熔融シリカを作り積層せしめ、この合成シリカを積層せしめたロッドより発熱体及び熔融シリカパイプさらに必要な場合には合成シリカ層の一部を除去し、合成シリカパイプを作り、該合成シリカパイプをつよしてロッドにするか又はそのまゝを熔融訪永してファイバーを作ることと特徴とする光伝送用ファイバーの製造方法。

代理人 佐 藤 孝